

Sensore per radiazione ultravioletta a base di film di diamante policristallino

D. Altamura^d, R. Brescia^d, M. Capitelli^e, G. Casamassima^a, T. Cassano^a, R. Celiberto^c, G. Cicala^{d**}, D. Cornacchia^d, A. De Giacomo^e, O. De Pascale^d, C. Favuzzi^a, G. Ferraro^a, P. Fusco^a, F. Gargano^b, N. Giglietto^a, F. Giordano^a, C. Gorse^e, S. Longo^e, F. Loparco^a, V. Magaletti^d, B. Marangelli^a, M.N. Mazziotta^b, D. Monéger^e, M.F. Muscarella^{a*}, M.A. Nitti^a, A. Rainò^a, A. Romeo^a, G. Senesi^d, P. Spinelli^a, A. Valentini^a, L. Velardi^a

^a Dipartimento Interateneo di Fisica dell'Università e Politecnico di Bari, Via G. Amendola 173, 70126 Bari, Italy

^b Istituto Nazionale di Fisica Nucleare Sezione di Bari, Via E. Orabona 4, 70126 Bari, Italy

^c Dipartimento di Ingegneria delle Acque e di Chimica del Politecnico di Bari, Via E. Orabona 4, 70126 Bari, Italy

^d I.M.I.P. - CNR Bari, Via Amendola 122/D, 70126 Bari, Italy

Abstract

Il diamante è considerato un materiale molto promettente per lo sviluppo di dispositivi per la rivelazione di radiazione UV grazie alle sue peculiari proprietà chimiche e fisiche (in particolare ottiche ed elettriche). In questo lavoro sono presentati i risultati ottenuti su dispositivi basati su film di diamante policristallino ROD (Random Oriented Diamond), prodotti con la tecnica MWPECVD (MicroWave Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition) su substrati di silicio intrinseco e drogato-p (100). Sui dispositivi realizzati è stato eseguito uno studio comparativo in funzione del tipo di substrato e del diverso passo tra gli elettrodi di Cr/Au complanari ed interdigitati. Sono state quindi determinate le proprietà chimico-strutturali, morfologiche, elettriche ed ottiche dei film. In particolare, la risposta ottica è stata misurata in aria, utilizzando una lampada impulsata allo Xe accoppiata con una fibra ottica di quarzo, filtri interferenziali per selezionare la lunghezza d'onda ed un'elettronica di misura di read-out basata su un amplificatore sensibile alla carica a basso rumore. I risultati sperimentali evidenziano una dipendenza delle prestazioni del dispositivo dal tipo di substrato utilizzato e dalla geometria dei contatti interdigitati

INTRODUZIONE

Tutt'oggi, la tecnologia dei rivelatori si basa soprattutto sul silicio, materiale ben conosciuto per le ottime proprietà fisiche, elettriche e meccaniche, ma con una limitata resistenza al danno da radiazione. Viceversa, il diamante offre interessanti proprietà quali l'elevato valore della gap (5.5eV) che implica basse

correnti di buio e possibilità di operare anche ad alta temperatura o in presenza di luce, l'alto punto di fusione (4100 °C) e il più alto modulo di Young conosciuto, la bassa reattività chimica (è inerte a qualsiasi attacco chimico fino a 900°C, mentre a temperature maggiori reagisce solo con l'ossigeno), l'alta mobilità dei portatori lo indicano come un semiconduttore ideale per la realizzazione di rivelatori di radiazione per l'elettronica in ambienti ostili [Kania 93], [Kania 95], [Bergonzo 03], [Murphy 07].

Il diamante può essere sintetizzato con relativa facilità e tra i vari metodi di produzione, la tecnica CVD (Chemical Vapour Deposition) si distingue per l'elevata purezza dei film ottenuti ed è quindi particolarmente interessante per la produzione di rivelatori.

Nelle regioni spettrali visibili e del vicino-infrarosso, i fotodiodi di silicio sono spesso usati come rivelatori di radiazione grazie alla loro eccellente efficienza quantica, stabilità del segnale ed alla uniformità della risposta ottica. Il diamante invece è un materiale adatto ad applicazioni nella regione dell'UV grazie alle sue proprietà chimico-fisiche e all'alta discriminazione UV/Visibile.

Sintesi di film di diamante policristallino per la realizzazione di rivelatori nell'UV

I film policristallini di diamante (Randomly Oriented Diamond film – ROD film) caratterizzati in questo lavoro, sono stati sintetizzati tramite la tecnica della MWPECVD (MicroWave Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) con un reattore in acciaio realizzato in sede, tipo Astex (pressione di 10^{-7} mbar), dove il plasma viene creato da un generatore di microonde (2.45 GHz Sairem). Prima della deposizione, substrati di dimensioni 2×2 cm² di p-Si e i-Si (100) sono stati immersi negli ultrasuoni per 1 ora, in

etanolo in una sospensione di polvere di diamante (40-60 μm) al fine di migliorare l'efficienza di nucleazione del diamante. I campioni sono poi depositati usando una miscela gassosa diluita (5% CH_4 in H_2). In Tabella 1 vengono mostrate le proprietà e le condizioni di crescita dei quattro film realizzati.

Caratterizzazione strutturale e morfologica

Misure di spettroscopia Raman e analisi tramite microscopia SEM, sono state condotte sui film cresciuti per stimare la loro qualità strutturale e morfologica. Gli spettri Raman ottenuti presentano il picco della fase diamante a 1332 cm^{-1} ed un segnale debole e largo, centrato a circa il 1520 cm^{-1} che è da attribuire alla transizione grafita del carbonio (Fig. 1).

Un indice della qualità del film può essere valutata dal coefficiente R , definito dall'equazione seguente [2]:

$$R(\%) = 100 \left(\frac{I_{sp^3}}{I_{fl} + I_{sp^3} + I_{non_diam}} \right)$$

dove I_{sp^3} è l'intensità della fase diamante (ibridizzazione sp^3), I_{non_diam} è l'intensità della fase non-diamante che corrisponde ad un'ibridizzazione sp^2 , I_{fl} è l'intensità di fondo di fluorescenza. Un valore più alto di R implica una qualità più alta del film di diamante di policristallino.

Successivamente, è stato usato un microscopio elettronico (SEM, tipo Zeiss EVO50XVP) per determinare la morfologia della superficie (grain size e roughness) e lo spessore dei film (Fig. 2).

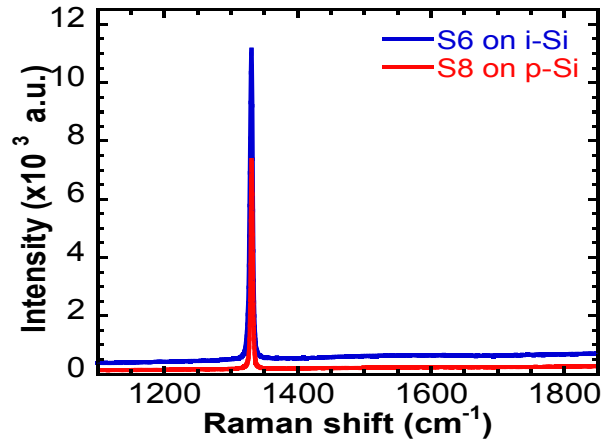
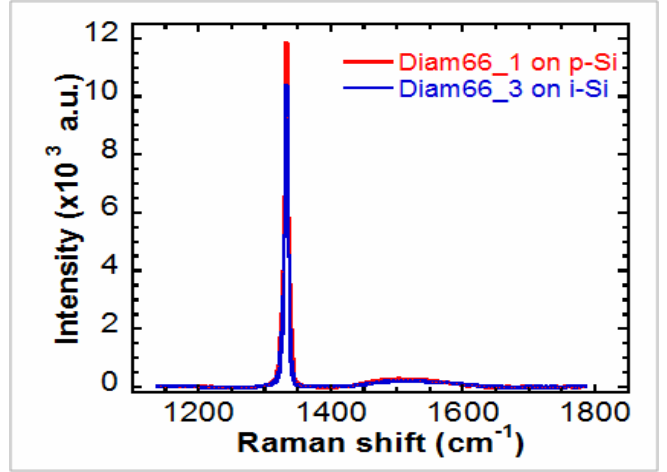


Figura 1: In alto: spettri Raman dei campioni Diam66_1 e Diam66_3. In basso: spettri Raman dei campioni S6 e S8.

| Substrate (500 μm thick) | Sample- ID | Total film thickness (μm) | CH_4/H_2 (%) | Power (W) | Press. (mbar) | Surface temp. ($^\circ\text{C}$) | Growth rate ($\mu\text{m}/\text{h}$) | R (%) | Grain size (μm) |
|---|---------------|--|---------------------------------|--------------|------------------|---------------------------------------|--|----------|------------------------------------|
| p-Si | Diam66_ 1 | 16 | 1.5 | 1800 | 73.5 | 902 | 0.34 | 76 | 1-10 |
| i-Si | Diam66_ 3 | 16 | 1.5 | 1800 | 73.5 | 902 | 0.34 | 78 | 1-6.5 |
| i-Si | S6 | 57 | 5 | 3000 | 200 | 850 | 2.18 | 96 | 5-20 |
| p-Si | S8 | 59 | 5 | 3000 | 200 | 850 | 2.62 | 98 | 5-20 |

Tabella 1: Caratteristiche fisiche e condizioni di crescita dei film di diamante investigati

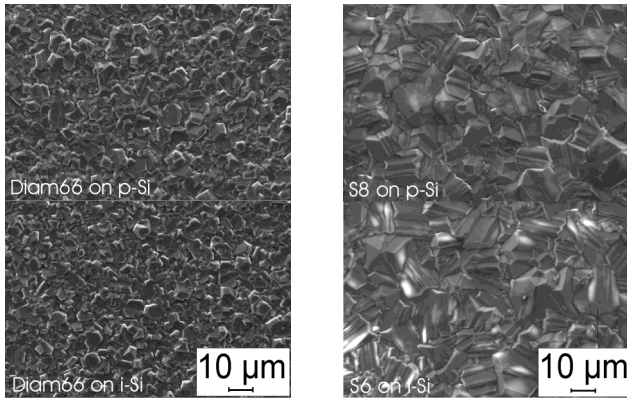


Figura 2: Figure SEM delle superfici dei campioni investigati: Diam66_1 e Diam66_3 a destra, S8 e S6 a sinistra.

Al fine di ridurre i valori di corrente di buio, ogni campione è stato annilato termicamente per 1 ora a 700°C in ambiente di CH₄ e poi per un'altra ora in aria a 400°C, seguendo la tecnica di McKeag et al. [3].

Contattatura dei dispositivi

La tecnica della fotolitografia con la rimozione del resist da attacco chimico per via umida (wet etching) è stata usata per creare una geometria planare di contatti interdigitali, depositando strati di Cr/Au (20/200 nm). Su ogni campione, con dimensioni di 1,2 cm x 1,2 cm di superficie, si sono ottenuti fino a quattro dispositivi con distanze tra gli elettrodi (gap) diverse, per andare a studiare la risposta ottica rispetto alla spessore del film, alla dimensione dei grani e al valore di gap (Fig. 3).

I valori di gap utilizzati sono stati 10 micron, 20 micron, 30 micron e 50 micron e su queste superfici, che possono raggiungere diversi micron di rugosità, il processo di wet etching ha potuto dare buoni risultati con gap superiori a 10 micron.

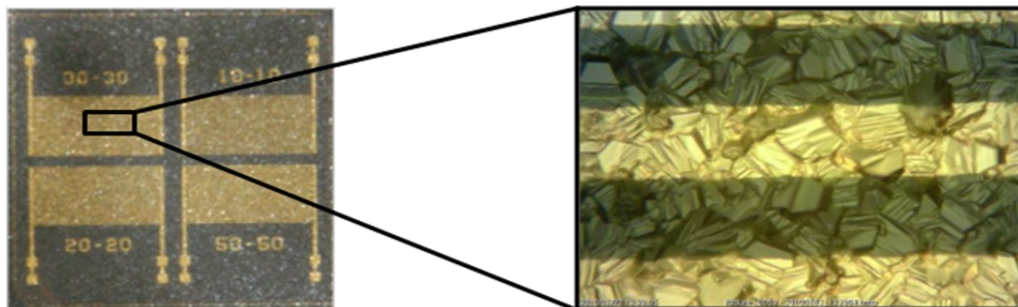


Figura 3: A sinistra: Foto del detector S6 con i quattro dispositivi ottenuti. A destra: foto delle strip dei contatti elettrici per il dispositivo con 30µm di gap sotto un ingrandimento di x500 con microscopio ottico.

Per ogni dispositivo ottico la superficie totale è di 8 mm², l'area di metallizzazione è di 4 mm² e la quantità di superficie utile per il rilevamento di radiazione UV si estende a 4 mm², con minime differenze da un dispositivo all'altro <2,5%.

Caratterizzazione elettrica: misure di dark current

Le correnti di buio sono state misurate usando un Keithley 237 Source-Measure Unit ed una microprobe station con micro punte di tungsteno racchiusa in una dark box in aria a temperatura ambiente (Fig. 4). L'impedenza complessa è stata misurata con un Agilent 42.844 Precision LCR Meter in funzione della frequenza da 20 Hz a 1 MHz. Anche tali misure sono

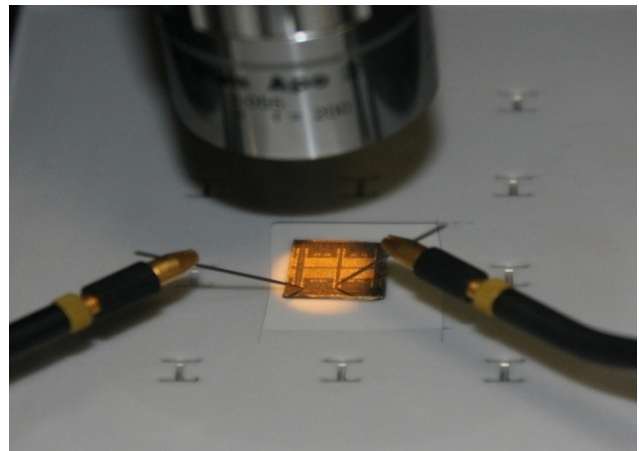


Figura 4: Foto della Microprobe Station con le due micro punte di tungsteno per la caratterizzazione elettrica.

state effettuate a temperatura ambiente in atmosfera di aria. Le capacità misurate sono risultate di pochi pF (da 4 pF a 10 pF con variazioni dovute essenzialmente alla geometria dei pattern degli elettrodi ed allo spessore del film) e, per tutti i dispositivi, si man-

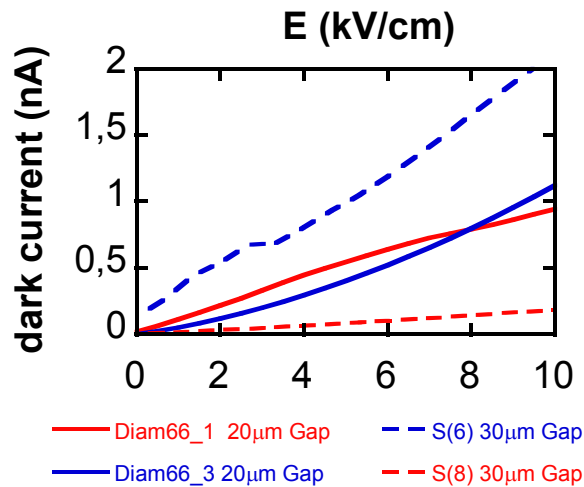


Figura 5: Confronto degli andamenti della corrente di buio per i diversi dispositivi in funzione del campo elettrico applicato (V_{bias}/gap): Diam66_1 (cerchi vuoti), Diam66_3 (quadrati vuoti), S6 (quadrati pieni), S8 (cerchi pieni).

tengono costanti al variare delle tensioni applicate [4,5].

In Fig. 5 vengono mostrate le curve delle correnti di buio per i diversi dispositivi caratterizzati in funzione del campo elettrico applicato alle strip.

Caratterizzazione ottica del rivelatore

L'efficienza del foto detector (PDE), definita come il rapporto tra numero di elettroni raccolti e il numero dei fotoni incidenti, è stata studiata in aria utilizzando un sistema costituito da una lampada 5 Watt Hamamatsu Xe (modello L9455) che emette impulsi a 400

ns di ampiezza temporale 10 Hz di ripetizione e da fibre di quarzo di 800 μm di diametro di core connesse ad essa. Inoltre, invece di un monocromatore, sono stati utilizzati filtri interferometrici per selezionare lunghezze d'onda distinte da 190 nm a 546 nm.

Per la lettura del segnale di uscita del circuito è stato progettato un amplificatore sensibile alla carica a basso rumore (Charge Sensitive Amplifier-CSA) (Fig. 6). Il preamplificatore (PA) è un integratore con un JFET BF511 allo stadio di ingresso, con 3 pF di capacità di feedback. L'output del JFET è inviato a tre transistor bipolari connessi in configurazione "folded cascode". Lo stadio di pre-amplificazione è seguito da una rete di cancellazione polo-zero e da uno stadio di shaper con un peaking time di 20 μs .

Le caratteristiche dell'elettronica sono le seguenti:

- Guadagno: 2.8 mV/fC;
- Valore quadratico medio del rumore: 1.6 mV, cioè circa 3600 elettroni in carica equivalente di rumore;
- Linearità fino a 1200 fC.

Il detector di diamante è stato montato su una scheda di circuito in cui è stato integrato il CSA e poi il tutto è stato messo in una scatola metallica a prova di luce per evitare interferenze tra l'elettronica e la radiazione ambientale.

La fibra ottica che esce dal porta filtro è stata montata su un sistema di traslazione micrometrico x-y ed è stata posizionata esattamente davanti al detector. I movimenti lungo x-y hanno permesso di muovere la fibra per concentrare la radiazione sull'area attiva del detector. La risposta in uscita dal CSA è stata letta

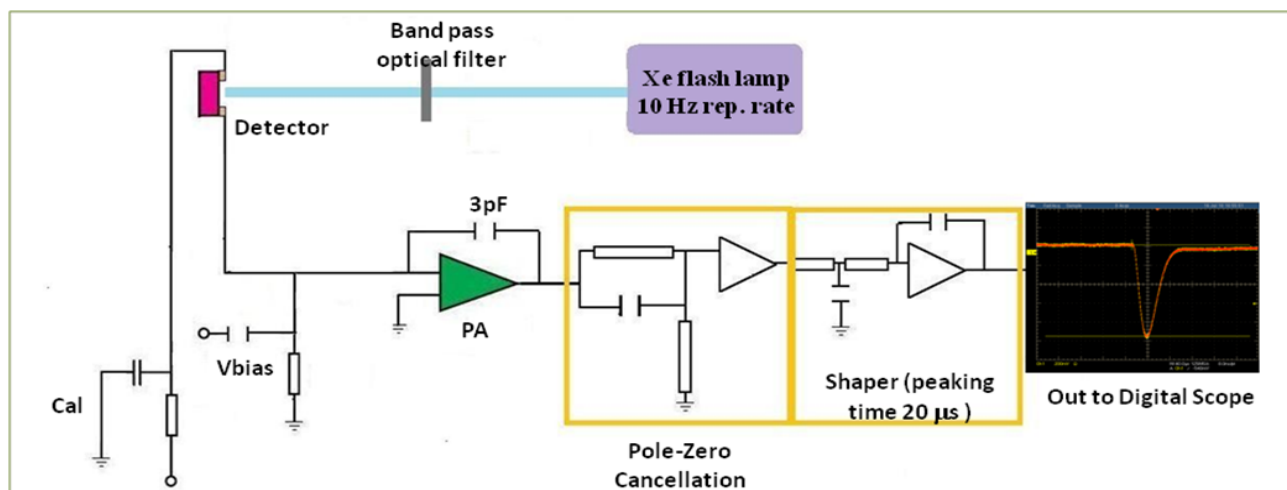


Figura 6: Schematizzazione del set-up sperimentale per la caratterizzazione ottica.

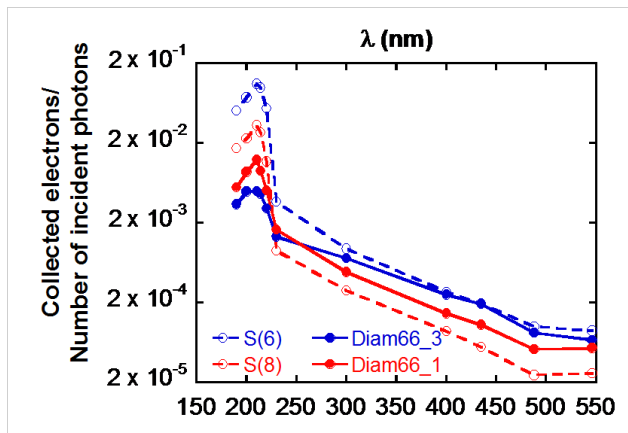


Figura 7: Confronto delle curve di efficienza per i diversi detector investigati: Diam66_1 (cerchi vuoti), Diam66_3 (quadrati vuoti), S6 (quadrati pieni), S8 (cerchi pieni).

mediante un oscilloscopio digitale.

In Fig. 7 sono mostrate le curve di efficienza ottica dei dispositivi caratterizzati. Come ci si aspettava, l'efficienza maggiore risulta nell'UV intorno ai 210 nm e i quasi tre ordini di grandezza tra UV e visibile confermano la bontà sulla progettazione e realizzazione di questi dispositivi a rivelatore di diamante.

Risultati e Conclusioni

I risultati ottenuti sono stati interessanti. I trend lineari di corrente di buio misurata in funzione del campo elettrico applicato (dato da rapporto di V_{bias}/gap) hanno dimostrato e confermato che il trattamento dell'annealing termico è utile per ottenere valori di correnti di buio basse e la formazione dei contatti ohmici. Nonostante si siano utilizzati film di spessore diverso (di conseguenza dimensioni di grano diverse alla superficie) con gap ottimizzati rispetto allo spessore [6], si sono ottenuti valori di correnti di buio quasi simili in tutti i dispositivi. La minima differenza è dovuta alla qualità del processo litografico.

Capacità tra 4 pF e 10 pF sono state ottenute per tutti i dispositivi, con valori quasi costanti in funzione del campo elettrico applicato. Valori di capacità più basse sono state ottenute per i film più spessi (S6 e S8).

Per quanto riguarda i risultati ottenuti sulla risposta ottica dei diversi dispositivi, si è trovato che S6 e S8 a 220 nm mostrano un valore di efficienza maggiore di un fattore di circa 10^3 rispetto a quello che si trova a 546 nm (visibile). La dimensione più piccola dei grani di Diam66_1 e Diam66_3 limita il rapporto UV/visibile ad un fattore di circa 10^2 .

BIBLIOGRAFIA

- [1] HAMAMATSU Photonics: www.hamamatsu.com
- [2] H. Chatei, J. Bougdira, M. Rémi, P. Alnot, C. Bruch, J. K. Krüger *Diamond Relat. Mater.* 6 (1997) 107
- [3] R. D. McKeag, S. S. M. Chan, R. B. Jackman *Appl. Phys. Lett.* 67 (1995) 2117
- [4] W. Jiang, J. Ahn, C. Y. Chuen, L. Y. Loy, *Rev. Sci. Instrum.* 70 (1999) 1333
- [5] A.A. Altukhov, A.M. Klochko, A.Yu. Mityagin, G.A. Orlova, V.I. Polyakov, N.Kh. Talipov, V.S. Feshchenko *Journal of Communications Technology and Electronics* 52 (2007) 360
- [6] C. Jany PhD thesis "Etude et réalisation de détecteurs de rayonnements à base de films de diamante polycristallin élaborés par dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma micro-onde". Université Paris XIII. 29/10/1998. Chapter 3